



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07218494 A**(43) Date of publication of application: **18 . 08 . 95**

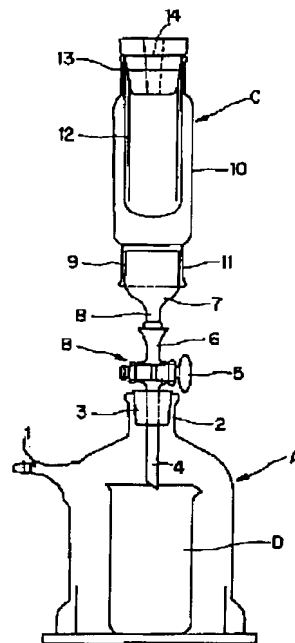
(51) Int. Cl.

G01N 31/00**G01N 1/02****G01N 1/10****G01N 1/28**(21) Application number: **06027556**(22) Date of filing: **01 . 02 . 94**(71) Applicant: **TAKUMA CO LTD**(72) Inventor: **OGURA SATORU
OGAWA YOSHIHITO****(54) METHOD AND APPARATUS FOR MEASURING
AND ANALYZING DIOXINE****(57) Abstract:**

PURPOSE: To measure and analyze dioxine with high accuracy while reducing a process from a point of time collecting a sample to a Soxhlet apparatus and labor to a large extent by using one large-sized cylindrical filter paper in order to obtain a detection soln. subjected to the measurement and analysis of dioxine from the dust collection part of an apparatus consisting of dust and gas collection parts at the time of the measurement and analysis of dioxine.

CONSTITUTION: A dioxine measuring and analyzing apparatus consists of a vacuum can A having a filtrate receiver D arranged therein and provided with an exhaust port 1, the cock part B equipped with an opening and closing cock airtightly attached to the upper part of the vacuum can A and the main body part 10 of the dust collector C airtightly attached to the upper part of the cock part B and having large-sized cylindrical filter paper 12 provided therein and having a heard part opening 14 provided to the upper part thereof.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-218494

(43) 公開日 平成7年(1995)8月18日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 31/00	Y			
	V			
1/02	D			
1/10	F			
G 0 1 N 1/ 28 X				
審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 6 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平6-27556

(22) 出願日 平成6年(1994)2月1日

(71) 出願人 000133032

株式会社タクマ

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目3番23号

(72) 発明者 小倉 哲

京都市南区久世殿城町600番地の1株式会社
タクマ京都分析センター内

(72) 発明者 小川 佳人

京都市南区久世殿城町600番地の1株式会
社タクマ京都分析センター内

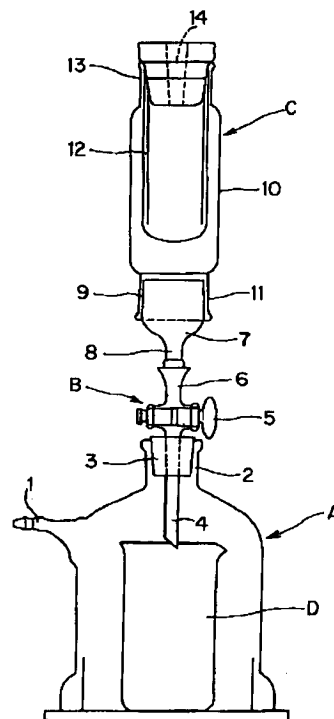
(74) 代理人 弁理士 西村 幹男

(54) 【発明の名称】 ダイオキシンの測定分析方法及びその装置

(57) 【要約】

【目的】 ダイオキシンの測定分析に際して、ダスト捕集部とガス捕集部とからなる装置におけるダスト捕集部からのダイオキシンの測定分析に供される検出溶液を取得するため、その採取時点からソックスレー抽出器までの工程を大型の一個の円筒ろ紙を使用すること等により、その工程や手間を大幅に減らし、しかも精度の高い、ダイオキシンの測定分析方法及びその装置を提供する。

【構成】 内部にろ液受器Dが設置され排気口1が設けられた真空鐘Aと、該真空鐘の上部に気密に取り付けられ開閉コック5が備えられたコック部Bと、該コック部の上部に気密に取り付けられ内部に大型円筒ろ紙12が備えられ上部に頭部開口14が備えられたダスト捕集装置Cの本体部分とからなるダイオキシンの測定分析装置。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ダイオキシンの測定分析方法において、試料の捕集からソックスレー抽出器による溶媒抽出までの工程を大型ダスト捕集装置にセットした一個の大型円筒ろ紙を使用することにより行うことを特徴とするダイオキシンの測定分析方法。

【請求項2】 ダイオキシンの測定分析方法において、試料の捕集からソックスレー抽出器による溶媒抽出までの工程を、ダスト捕集部から試料を捕集した大型ダスト捕集装置を取り外してろ過装置にセットする工程と、該セ

10 セットされた大型ダスト捕集装置にノズル洗液を注入してろ過する工程と、該大型ダスト捕集装置に塩酸を加えて所定時間貯留放置した後該塩酸をろ過する工程と、蒸留水で大型ダスト捕集装置内の大型円筒ろ紙を洗浄した後、前記大型ダスト捕集装置から該大型円筒ろ紙を取り外す工程と、該大型円筒ろ紙を風乾した後ソックスレー抽出器にセットする工程としたことを特徴とするダイオキシンの測定分析方法。

【請求項3】 ダイオキシンの測定分析装置において、内部にろ液受器が設置され排気口を有する真空鐘と、該真空鐘の上部に気密に取り付けられ開閉コックを備えた

20 コック部と、該コック部の上部に気密に取り付けられ内部に大型円筒ろ紙を備え上部に頭部開口を備えたダスト捕集装置の本体部分とからなることを特徴とするダイオキシンの測定分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ダイオキシン(dioxin)の測定分析方法及びその装置に関し、特に、ダスト捕集部とガス捕集部とからなる装置におけるダスト

30 捕集部からのダイオキシンの測定分析に供される検出溶液を取得する方法及びその装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】ダイオキシンすなわち2, 3, 7, 8-テトラクロロジベンゾパラジオキシンは、テトラクロロジベンゾパラジオキシンに属する多数の異性体のうちの一種であるが、この物質は、それら異性体中でも最も猛毒で、特に胎児に対する催奇形性が強く、史上最強の毒物として知られている。しかもこの物質は、非常に安定で、水に不溶であり、その毒性は半永久的になくならないものである。

40

【0003】ダイオキシンの毒性は、DDTやパラチオンのそれの1000倍以上であり、皮膚、内蔵障害、発ガン性、催奇形性と多様且つ強力である上、多くの異性体があるため、未で全貌は分かっていないが、我が国においても、この物質がゴミ焼却場の灰から検出、発見されて以来、重大な関心が払われ、その測定・検出には安全且迅速で、精度の高い手法の開発が強く望まれている。

【0004】ダイオキシンサンプリング装置は、基本的

50

にダスト捕集部とガス捕集部とより構成されており、ダストの捕集がすなわちダイオキシンのサンプリングとはならない。それ故にダスト捕集部の処理(円筒ろ紙の処理)だけでは検出溶液としての抽出液は得られず、ガス捕集部で捕集されたダイオキシンは、液-液抽出や固-液抽出によって抽出液に抽出した後ダスト部の抽出液と合体させ、これにより初めて検出液が得られる。

【0005】ダイオキシンを検出するには、基本的にダスト捕集部とガス捕集部とよりなるダイオキシンサンプリング装置を使用し、上記のようにして検出液を得た後、この検出液を測定・分析する必要があるが、しかもただ定性的な測定・分析だけではなく、ダイオキシンが検出された場合には、その量的割合についても測定・分析をする必要があるが、それが猛毒であることから、これらの作業には、安全面すなわち作業者や周囲環境への遺漏等がないよう細心の注意を払い、しかも正確且つ迅速に行わなければならない。

【0006】このように、その測定検出上のこれらの作業には細心の注意が必要であり、正確且つ迅速に行わなければならないが、またそれが極微量の検出・測定であるため、その作業は精度の高い手法でなければならない。前述のとおり、このダイオキシンサンプリング装置は、基本的にダスト捕集部とガス捕集部とより構成され、ガス捕集部で捕集されたダイオキシンは、液-液抽出や固-液抽出によって抽出液に抽出した後ダスト部からの抽出液と合体させることにより初めて検出液が得られるが、この装置は、例えば、ゴミ焼却場等の各所ダクトに設置され、その中に円筒状のろ紙(通常外径24~45mm, 長さ90mm)を配置した装置を使用して行う次のような手法が知られている。

【0007】ダクト等に配置された装置から、その中に置かれた円筒ろ紙を取り出し、このろ紙について塩酸による処理を行うことにより、ろ紙に付着採取された吸着成分をその塩酸溶液中に溶解又は懸濁させ、次いでこの溶解塩酸溶液について、その上に平板ろ紙を載置してブフナーロートによりろ過洗浄を行う。

【0008】引続き、ブフナーロートからその平板ろ紙を取り出して風乾し、この乾燥が終了した後、この平板ろ紙をソックスレー抽出器にかけ、その中の溶解成分を、例えばトルエン等の溶媒による抽出を行うが、この抽出のために、その平板ろ紙を大型の円筒状ろ紙に移し入れる。

【0009】この従来法をさらに具体的に説明すると、①真空鐘内にろ液受器をセットした後、このろ液受器上にブフナーロートを設置し、さらにその上に平板ろ紙を載置する。②次いで、このブフナーロートにより、保存用容器内のノズル洗液(すなわち、現場においてノズルを洗浄し、その洗浄液を入れたノズル洗液)をろ過した後、このろ過が終了した平板ろ紙を新しいろ液受器に移し入れる。③そのろ液受器にダスト捕集に使用された円

筒ろ紙を入れるが、この場合、この円筒ろ紙はダスト捕集に使用された全てのろ紙である。

【0010】④次に、このろ液受器に1N（1規定）の塩酸を適量注入し、ガラス棒により、ろ紙をつぶすようにしながら1時間程度攪はんする。一方、⑤前記真空鐘に別の新しいろ液受器をセットするとともに、ブフナーロートには、新しい平板ろ紙を載置し、前記④において、塩酸による処理が終了したろ液受器中の内容物をブフナーロートによりろ過し、分別する。この場合、このろ液受器は、その内容物をブフナーロートへ一度放出した後、蒸留水でよく洗浄するが、その洗浄済みの液については、同じくブフナーロートへかける。

【0011】⑥引続き、蒸留水により、前記ブフナーロートを、そこに載置されている平板ろ紙をも含めて、一緒によく洗浄した後、その平板ろ紙をブフナーロートから注意深く取り外し、⑦この平板ろ紙を室温で風乾し、その風乾終了後、さらの平板ろ紙を注意深く大型の円筒ろ紙に入れる。そして、⑧その大型円筒ろ紙を、これに平板ろ紙を収容したまま、ソックスレー抽出器にセットし、溶媒により抽出する。抽出用溶媒としては、通常、トルエンを使用する。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】概略、以上のような従来の手法では、ダクト等に配置されたダスト捕集装置からの円筒ろ紙の取り出し、ブフナーロートからの平板ろ紙の取り出す等の前記①から⑥の工程を終了するまでに、通常、約8時間をもの時間を費消してしまう。

【0013】また、各工程段階において、周囲環境等からの被測定対象物の汚染やサンプル量自体の目減りをもたらす等の不都合を招くことにもなり、しかも、この作業はダイオキシンという極微量の成分の有無を検出し、測定するためのものであるから、そのような数多くの段階を必要とする手法では、測定精度を下げる大きな要因ともなり、さらにはそのような煩雑な手間を必要とするだけではなく、場合によっては、使用済みのろ紙の取り換えや紛失を起こし、延いてはこれら各段階の作業現場の汚染をも引き起こすことにもなる。

【0014】本発明者は、ダスト捕集部とガス捕集部とからなる装置を使用することにより、ダイオキシン含有の有無を検出、測定する従来技術におけるこれらの問題、欠点を解消するため、鋭意研究、検討を進めているが、前記従来のダスト捕集部とガス捕集部とからなる装置を使用するダイオキシンの測定分析方法及びその装置において、ダスト捕集部に用いるろ紙を大型円筒ろ紙（例えば外径53mm、長さ150mm）とし、該大型円筒ろ紙をそのままソックスレー抽出器まで使用できるようにすること等によって、それら諸問題点を一挙に解決することができることを見出し、本発明に至ったものである。

【0015】すなわち、本発明は、ダイオキシンの測定

分析に際して、ダスト捕集部とガス捕集部とからなる装置におけるダスト捕集部からのダイオキシンの測定分析に供される検出溶液を取得するため、その採取時点からソックスレー抽出器までの工程を大型の一個の円筒ろ紙を使用すること等により、その工程や手間を大幅に減らし、しかも精度の高い、ダイオキシンの測定分析方法及びその装置を提供することを目的とするものである。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明におけるダイオキシンの測定分析方法では、試料の捕集からソックスレー抽出器による溶媒抽出までの工程を大型ダスト捕集装置にセットした一個の大型円筒ろ紙を使用することにより行うことを特徴とするものである。

【0017】また、本発明におけるダイオキシンの測定分析装置では、内部にろ液受器が設置され排気口を有する真空鐘と、該真空鐘の上部に気密に取り付けられ開閉コックを備えたコック部と、該コック部の上部に気密に取り付けられ内部に大型円筒ろ紙を備え上部に頭部開口を備えたダスト捕集装置の本体部分とからなることを特徴とするものである。

【0018】

【作用】上記のように構成されたダイオキシンの測定分析装置では、ダスト捕集部とガス捕集部とからなる装置におけるダスト捕集部からのダイオキシンの測定分析に供される検出溶液を取得するために、まず、ダスト捕集部から大型ダスト捕集装置が取り外され、真空鐘内にろ液受器をセットし、コック部を真空鐘上に臨ませ、そのコック部の上部に前記大型ダスト捕集装置の本体部分を設置する。

【0019】そして、大型ダスト捕集装置にノズル洗液を注入してろ過し、次いで大型ダスト捕集装置に塩酸を加えて所定時間貯留放置した後該塩酸をろ過し、蒸留水で大型ダスト捕集装置内の大型円筒ろ紙を洗浄した後、前記大型ダスト捕集装置から該大型円筒ろ紙を取り外し、該大型円筒ろ紙を風乾した後ソックスレー抽出器にセットするまでを一枚の大型円筒ろ紙で、しかも一回のセット、出し入れにより行う。

【0020】

【実施例】図1、2を参照してこの発明の一実施例について説明をするが、本発明がこの実施例に限定されるものではないことは勿論である。図1は、本発明の方法に使用される装置であり、該図において、Aは真空鐘、Bは真空鐘Aの上部に取り付けられたコック部であり、またCはコック部Bの上部に取り付けられたダスト捕集装置の本体部分である。そして、真空鐘A内にはろ液受器として適したトルビーカーDがセットされるようにしてあり、また真空鐘Aは排気口1と頭部開口2とを備え、真空ポンプその他の適当な吸引手段により（図示さず）、前排気口1から真空鐘A内は減圧されりようにな

っている。

【0021】真空鐘Aの頭部開口2には、コック等の密封手段3を介して、コック部Bの下管部4を密封設置し、その下管部4の下端部開口を真空鐘A内に臨ませるようになっている。コック部Bには、コック5を備え、その上部管6に対しては、ダスト捕集部においてダストを捕集して該ダスト捕集部から取り外された大型ダスト捕集装置Cの本体部分10の下部開口11に密にはめ込まれた連結部材7の下部管8が当接設置される。

【0022】前記連結部材7の上方周縁部9は、前記大型ダスト捕集装置Cの本体部分10の下部開口11に対して気密で且つ液密に連結される。この場合、その本体部分10の下部開口11と、連結部材7の上縁部9との間におけるその連結部は、取り外し自在の構造に形成されるが、本装置では、下部管8及び上縁部9を有するこの連結部材7を含めて大型ダスト捕集装置Cとして構成している。

【0023】大型ダスト捕集装置Cは、本発明の主要部をなす部分であるが、図示のとおりその本体部分10は、円筒状に形成され、その中には、円筒状の大型ろ紙（例えば外径53mm、長さ150mm）12がセットされている。また本体部分10の上部には、図示のとおり首部13が形成されている。

【0024】次に、本発明に係る測定分析方法及びその装置の操作例を説明する。図2は、ボイラ出口、焼却炉出口、電気集塵機入口等の各所現場において大型ダスト捕集装置Cを組み込んで使用する試料捕集装置の一例を示すものである。

【0025】図2中、15はノズル、16はその先端部であり、使用に際しては、この先端部16をダクト中の排ガスの流れ方向に向けて設置する。X1～Xnはガス捕集部を構成する水、ジェチレングリコール等の洗浄液ないしは吸収液用の容器であり、その途中にトラップ17が設けてあり、これらX1～Xnは氷浴18により冷却される。また、吸引排ガスは、Xnの導管19に連結された真空ポンプにより吸引されるようになっている。なお、仮想線で示す20は前記大型ダスト捕集装置Cを保温するための加温装置であり、該加温装置20はチャック21を備えおり、該チャック21の開閉によって加温温度調節がなされ得るものである。

【0026】本発明に係る大型ダスト捕集装置Cを組み込んだこのような装置を使用し、例えば1～3日間等の所定期間採集する。この採集は、前述のとおり本体部分10を有し、その中に大型の円筒状ろ紙12をセットした大型ダスト捕集装置Cをボイラ出口、焼却炉出口、電気集塵機入口等の各所現場に、常法により適宜の仕方によりノズル等を取り付けて配置することにより実施する。

【0027】これらの作業が終了すると、各所現場からそのダスト捕集装置Cを取り外し、これを図1のとおり

セットする。この配置は、その余の部分を含め、図示のとおりになるように行えばよいが、その配置順序の一例を示すと、次のとおりである。

【0028】真空鐘A内に、トルビーカーDをセットし、密封手段3を介して、コック部Bの下管部4を、その下端部開口を真空鐘A内に臨ませて密封、設置する。そのコック部Bの上部管6に対しては、現場から持ち帰った大型ダスト捕集装置Cの本体部分10に一体にされた連結部分7の下部管8を当接設置し、これによって大型ダスト捕集装置Cがコック部Bを介して真空鐘Aにセットされる。また排気口1には吸引用の真空ポンプ等を連結する。

【0029】以上の配置を終了した後、コック部Bのコック5を開とし、そのダスト捕集装置Cの首部13の開口14から保存用容器内のノズル洗液を注入、ろ過する。この場合その「保存用容器」とは、現場でノズルを洗浄しその洗浄液を収容した容器であり、この中の洗浄液をそのように注入しろ過するのである。

【0030】次いで、コック5を閉とし、濃度1N（＝1規定）の塩酸をろ紙の上縁まで加え、ガラス棒で時々攪はんしながら約1時間放置した後、コック5を開とし、この塩酸をろ過する。引続き蒸留水でろ紙をよく洗浄した後、大型ダスト捕集装置Cを取り外し、その中の大型円筒ろ紙を取り出す。以降、常法に従い、そこで取り出した大型円筒ろ紙を室温で風乾した後、このろ紙をソックスレー抽出器にセットし、溶媒としてトルエンを使用し、これによる抽出操作を実施する。

【0031】なお、上記実施例ではろ液受器としてトルビーカーを用いたものについて説明をしたが、該ろ液受器としては、真空鐘内に設置できる液を受けることができるものであれば、例えば通常のビーカー、三角フラスコ、平底フラスコ、広口ビン等適宜のものを使用することができる。

【0032】

【発明の効果】本発明によれば、これらの諸工程のうち、塩酸による処理、ろ過等の操作を経て、大型ダスト捕集装置中の大型円筒ろ紙の取り出し時点までの一連の工程を、通常、ほぼ2時間程度で終了することができる。したがって、これを前述の従来の手法では約8時間をも要する点と対比すると、これによりその操作時間が大幅に短縮されることが明らかである。

【0033】また、前述のとおり、従来の方法では、ダスト等に配置された捕集装置からの円筒ろ紙の取り出し、ブフナーロートからの平板ろ紙の取り出し、平板ろ紙のソックスレー抽出器へのセット、その中の溶解成分の溶媒による抽出、このための平板ろ紙の大型円筒ろ紙への移し入れ、その他多くの工程ないしは手間を必要とするが、大型円筒ろ紙をセットした大型ダスト捕集装置を用いる本発明によれば、一枚のろ紙で、しかも一回のセット、出し入れにより行えることになり、このた

め、その工程、手間等を大幅に改善することができると共に、その抽出精度は高いものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るダイオキシンの測定分析方法及びその装置に使用されるろ過装置の説明図である。

【図2】ダイオキシンの測定分析に使用される試料の捕集用ダスト捕集部とガス捕集部との説明図である。

【符号の説明】

A 真空鐘

* B

10

C

D

1

5

10

12

14

コック部

大型ダスト捕集装置

ろ液受器

排気口

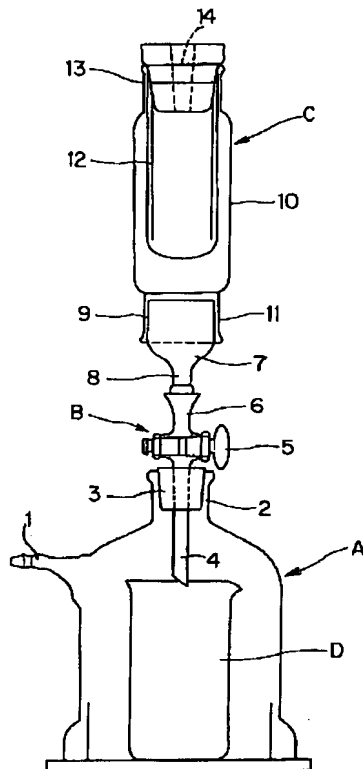
コック

大型ダスト捕集装置の本体部分

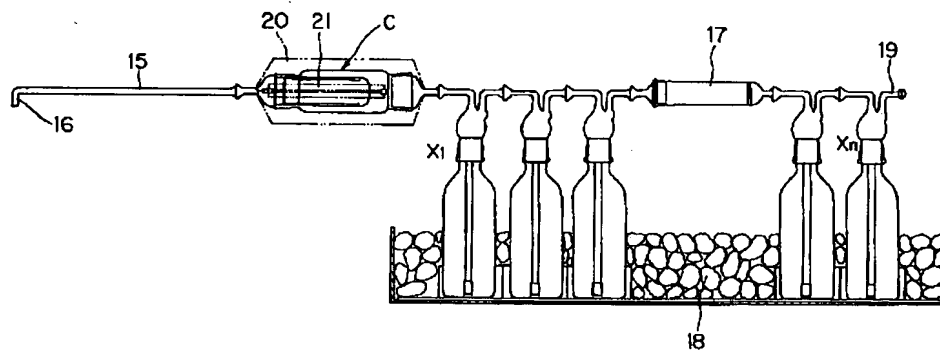
大型円筒ろ紙

頭部開口

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G O 1 N 1/28